

Request Form for Translation

The world of foreign-prior art to you.



Phone: 308-0881
Fax: 308-0989
Location: Crystal Plaza 3/4
Room 2C01

U. S. Serial No. : 09/582119
Requester's Name: Hysia Berman
Phone No. : 308-4638
Fax No. : 746-4577
Office Location: CM1-3D12
Art Unit/Org. : 1619
Group Director: John Doll
Is this for Board of Patent Appeals? NO

Date of Request: 1/28/02
Date Needed By: 2/28/02
(Please do not write ASAP-indicate a specific date)

SPE Signature Required for RUSH:

Document Identification (Select One):

(Note: Please attach a complete, legible copy of the document to be translated to this form)

1. ☒ Patent Document No. 1437366
Language French
Country Code FR
Publication Date 7/6/66
No. of Pages _____ (filled by STIC)
2. _____ Article Author _____
Language _____
Country _____
3. _____ Other Type of Document _____
Country _____
Language _____

Document Delivery (Select Preference):

- ☒ Delivery to nearest EIC/Office Date: _____ (STIC Only)
☐ Call for Pick-up Date: _____ (STIC Only)
☐ Fax Back Date: _____ (STIC Only)

STIC USE ONLY

Copy/Search

Processor: _____
Date assigned: _____
Date filled: _____
Equivalent found: _____ (Yes/No)

Doc. No.: _____
Country: _____

Remarks: _____

Translation

Date logged in: _____
PTO estimated words: _____
Number of pages: _____
In-House Translation Available: _____
In-House: _____
Translator: _____
Assigned: _____
Returned: _____
Contractor: _____
Name: _____
Priority: _____
Sent: _____
Returned: _____

PTO 02-1377

CY=FR DATE=19660328 KIND=Patent Application
PN=1,437,366

SOAP, COSMETIC PRODUCT AND ANALOGOUS PRODUCTS
[Savon, produit cosmétique et produits analogues]

Pierre André Pottier

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE
Washington, D. C. February 2002

Translated by: FLS, Inc.

PUBLICATION COUNTRY	(10): FRANCE
DOCUMENT NUMBER	(11): 1437366
DOCUMENT KIND	(12): PATENT APPLICATION
PUBLICATION DATE	(43): 19660328
PUBLICATION DATE	(45):
APPLICATION NUMBER	(21): P.V. 927506
APPLICATION DATE	(22): 19630311
ADDITION TO	(61):
INTERNATIONAL CLASSIFICATION	(51): C11D
DOMESTIC CLASSIFICATION	(52):
PRIORITY COUNTRY	(33):
PRIORITY NUMBER	(31):
PRIORITY DATE	(32):
INVENTOR	(72): SAME AS APPLICANT
APPLICANT	(71): POTTIER, PIERRE ANDRÉ
TITLE	(54): SOAP, COSMETIC PRODUCT AND ANALOGOUS PRODUCTS
FOREIGN TITLE	(54A): SAVON, PRODUIT COSMÉTIQUE ET PRODUITS ANALOGUES

The present invention has for its object, as a new industrial product, a soap, a cosmetic product or a product of the same type, which shall be designated below as "soap" and which is characterized by the fact that it comprises an addition of that product obtained by the action of an organic acid and, notably, of a fatty acid or fatty acid derivative upon an alcohol acid or upon an ester obtained by the action of an alcohol acid upon an alcohol, preferably an alcohol having low molecular weight.

The invention, therefore, likewise has for its object, as a new industrial product, an adjuvant for soap, which is constituted by the product of the action of an organic acid and, more specifically, of a fatty acid or a derivative of a fatty acid upon an alcohol acid or an ester obtained by the action of an alcohol acid upon an alcohol, preferably an alcohol with low molecular weight.

Understood by the term "fatty acid derivative", in the present report, are derivatives capable of reacting with an alcohol to yield esters. These esters therefore include, in particular, the esters, the anhydrides and the halides of fatty acids.

It is possible to think that the result obtained at least in a predominant quantity, when a fatty acid is reacted according to the invention upon an alcohol acid or upon an ester of an alcohol

*Numbers in the margin indicate pagination in the foreign text.

acid, will be an esterification by the fatty acid of the alcohol radical or radicals of the alcohol acid. If an ester of a fatty acid is reacted for the preparation of the product according to the invention, the same product will be obtained, at least in a predominant quantity, the alcohol function of the alcohol acid displacing the alcohol radical of the fatty acid ester. This phenomenon is well known, in its general form, under the name of alcoholysis.

Obviously, the preceding considerations do not constitute a hypothesis and are presented only to facilitate the understanding of the invention, without pretending to elucidate the mechanism and without restricting it in any manner whatsoever.

It is known that soap always presents a slight alkalinity, whatever the care devoted to its manufacture and the selection of the raw materials used to obtain it. Therefore it is frequently the case that the prolonged use of soap for personal care or domestic use provokes or maintains flaws in the skin at the most sensitive points, for example, an epidermal dryness, a sensation of "roughness", scurf, crazing, cracks, etc.

The applicant has determined that the soap according to the invention acts as though it suppresses the harmful influence of the soap, properly speaking, upon the defects in question, which would permit them to disappear spontaneously. Utilized on healthy skin, this soap renders it perfectly smooth and supple and agreeable to

the touch.

This soap has likewise shown itself to be advantageous for use in the home, particularly for the washing of delicate fabrics, notably wool fabrics such as light knits, by virtue of its action simultaneously upon the fabric, properly speaking, and upon the hands of the user doing the washing.

Entering into consideration as acids that can be utilized for the implementation of the present invention, and without this enumeration constituting a limitation, are in principle acids and more specifically, but not exclusively, aliphatic acids having from ten to twenty five carbon atoms and in particular, but not exclusively, lauric, palmitic and stearic acid and their close homologues.

The esters of fatty acids employed according to the present application are advantageously the esters produced by those acids mentioned above with alcohols having low molecular weight, more specifically but not exclusively, with fatty alcohols having from /2 two to twelve carbons atoms, such as, more specifically, ethyl alcohol, butyl alcohol or propyl alcohol. Likewise entering the framework of the present invention is the utilization of those esters produced by the acids cited above with diols, such as 1,2-ethanediol, 1,2-propanediol, 1,3- and 1,4-butanediol, or triols such as glycerol or 1,2,3-propanetriol.

The alcohol acids utilizable in conformity with the present invention are, more specifically, the monoalcohol, monoacid acids such as glycolic acid, lactic acid and mono- or polyalcohol polyacid acids, such as malic acid, tartaric acid, citric acid and analogues and ascorbic acid.

It is likewise possible to utilize, as indicated above, those esters produced by these alcohol acids with an alcohol having low molecular weight, and in particular with one of those alcohols defined above.

Finally, the adjuvant according to the invention can be constituted by that product obtained with the use of two or more alcohol acids or alcohol acid esters, which are reacted simultaneously with two or more acid esters and notably of different fatty acids.

The procedure making it possible to obtain an adjuvant according to the present invention consists, in principle, of reacting an acid, notably a fatty acid or fatty acid derivative with alcohol acid or ester of an alcohol acid as defined above, the quantity of alcohol acid being in excess of that needed to esterify the quantity of fatty acid introduced into the reaction medium, either directly in the form of acid, or indirectly in the derivative form.

The implementation of this process is carried out with vigorous agitation and at a temperature that is, in a general

manner, comprised between approximately 90 and approximately 120 °C, although it is possible in certain cases to work at a temperature that can drop down as far as 70 °C, as well as at temperatures that may possibly reach 160 °C, or even 190 °C. The components of the reaction are maintained at this temperature for a period of approximately from thirty to forty five minutes, always with vigorous agitation.

The end of the reaction is ascertained, in general, from the fact that the reaction medium becomes translucent. When this state is achieved, the reaction mixture is washed warm with water, after having possibly decanted a slight residue that presents itself in the form of a viscous mass.

The dose of adjuvant generally utilized in the soap is advantageously comprised between approximately 0.5 and approximately 4 % by weight of the soap.

These proportions are obviously given only as an indication, since they can vary, on the one hand, with the exact composition of the adjuvant utilized and, on the other, with the intended application and/or composition of the soap. It is possible for example, in order to make the concepts clear, to use a larger percentage of adjuvant in the case of a toilet soap or cosmetic product and to utilize a smaller percentage for a household soap or for a soap intended for laundering.

For an adjuvant with a specific composition, a few preliminary tests will permit determination of the advantageous proportion that must be used in the soap, according to the use to which it will be put and its composition.

It is possible to envisage modes for the incorporation of this adjuvant into the soap. In particular, it is possible to introduce this adjuvant into soap paste, when the latter has undergone all the boiling and other treatments known to soap making and is still found in the slightly moist state, ready for plotting or molding. The homogenous mixture of soap and adjuvant can be produced with the aid of a mixer-doser or mixer-grinder of a known type.

The soap is then plotted, molded or transformed into flakes or chips in the conventional known manner.

It is likewise to start from a soap having already been converted into the form of powder or chips, to incorporate into it the desired quantity of adjuvant, previously pulverized in a mixer-doser, and then to mold the soap in the press.

The following nonlimitative examples will demonstrate how the invention can be implemented, those details issuing from said examples being, obviously, part of the same.

Example I. - One mole of ethyl palmitate is heated to approximately 90 °C, a quantity of citric acid corresponding to one mole plus an excess of approximately from 15 to 25 % then being incorporated with vigorous agitation into the same. The mixture is

maintained at a temperature comprised between 90 °C and 120 °C for a period of approximately forty five minutes, the agitation being continued.

Obtained at this moment is a translucent liquid. If this was not exactly the case, the hating with agitation could be continued for several minutes more.

The reaction product is washed hot with water to eliminate impurities, certain ones of those that remain as well as the excess citric acid being removed by decanting. The final product obtained has an acid index of approximately 90. It is solid but slightly pasty at ambient temperature.

From thirty five to forty grams of the product thus obtained are added to one kilogram of soap past ready for molding or plotting, preferably in a mixer and by well known procedures making it possible to obtain a perfectly homogenous mixture. The paste /3 resulting from this mixture is then plotted and molded in the conventional manner.

Example II. - The procedure is the same as that in Example I, utilizing as starting material one mole of ethyl palmitate with a quantity of tartaric acid corresponding to one mole plus an excess of approximately from 20 to 25 %. Thus obtained is a product that melts at approximately 18 °C and presents an acid index close to that obtained according to Example I.

This product can be introduced into the soap in the amount of approximately from twenty to twenty five grams per kilogram of soap.

Example III. - First of all, one mole of citric acid is esterified with the use of three moles of ethyl alcohol according to the usual technique for the preparation of esters. This ethyl citrate is utilized in place of the citric acid for which provision is made in Example I, that mode of operation described in this Example I being otherwise followed in the present example.

The mixture obtained after reaction is likewise washed hot with water, the product obtained being one with an index of acidity close to 0 and a melting point in the neighborhood of 15 °C.

From thirty five to forty grams of the product thus obtained are added to one kilogram of a household soap paste. That paste resulting from this mixture is molded in the conventional manner.

Example IV. - One mole of ethyl laurate is mixed with a quantity of citric acid equal to one mole plus an excess of approximately 25 %. This mixture is then heated, with vigorous agitation, to a temperature comprised between approximately 90 and 120 °C. The heating and agitation are continued for approximately from fifty to fifty five minutes. After washing with water, followed by cooling, a fluid product is obtained, which crystallizes below 15 °C. Once solidified, this product melts at approximately 20 °C.

This product can be introduced into soap in the amount of from 3 to 5 %.

Example V. - An adjuvant for soap is obtained by directly reacting one mole of stearoyl chloride with a quantity of tartaric acid corresponding to one mole plus an excess of from 15 to 28 %, approximately. This mixture is heated to a temperature between 110 and 130 °C with vigorous agitation, the reaction being continued for approximately twenty minutes. A viscous precipitate forms, which is separated by decantation, before cooling, and eliminated. The product obtained by this reaction has a melting point of from 28 to 30 °C.

This product can be utilized in the soap in a proportion amounting to from 0.5 to 2 %, relative to the weight of the soap.

Example VI. - One mole of ethyl lactate is reacted with one mole of ethyl stearate. This mixture is heated to a temperature between 90 and 120 °C, with vigorous agitation. This agitation is continued at the temperature in question for approximately fifteen minutes. A viscous precipitate is separated, which is eliminated by decantation before cooling. The product is then washed hot with water. It melts at approximately from 28 to 30 °C. This product can be utilized in percentages analogous to those indicated above.

Example VII. - Twenty four parts of glycerol palmitate are melted together with twenty parts of citric acid and submitted to vigorous agitation. This mixture is maintained at about 105 °C for

approximately one hour. The liquid obtained is decanted to separate the excess acid and the glycerin liberated, which drops to the bottom of the container. The supernatant product is drawn off and washed with warm water. This product melts at from 45 to 47 °C and possesses an index of acidity of approximately 90.

It is possible in this example to replace the twenty parts of citric acid with from seventeen to eighteen parts of tartaric acid. The procedure is then carried out at about 100 °C. The remainder of the treatment is equivalent.

In the same way, an excellent adjuvant is obtained by melting from eighty five to ninety parts of glycerol with from ten to fifteen parts of lactic acid.

Example VIII. - The procedure is carried out in the same way as that described in Example V by replacing the stearyl chloride with stearic acid anhydride. Obtained is a similar product that can be utilized in the soap in the same proportions.

Example IX. - An adjuvant according to the invention is obtained by replacing the citric acid in Example I with ascorbic acid and following the same procedure. The product obtained can be utilized in the same manner.

Example X. - In the same manner as in Example VII, eighty parts of glycerol stearate are melted together with twenty parts of citric acid, the mixture being treated in the same way as in this Example VII. Thus obtained is an excellent adjuvant, which can be

utilized in soap in a percentage ranging from 1 to 4.5 %.

The adjuvants according to the invention can be utilized advantageously in cosmetic products.

Example XI. - Preparation of a cream:

A cream of the oil-in-water type is prepared, in which the oleaginous phase is constituted in the following manner:

Product of the action of glycerol stearate on citric acid	13
Nonionic emulsive agent known under the commercial name "Parnabase"	6
Vegetable oil	8
Cetyl alcohol	3
Antioxidant known under the name "Tioxan"	0.1

The aqueous phase is constituted by:

Distilled water	70
Sodium paraoxybenzoate	0.2

An emulsion of the oil-in-water type is produced in the known manner. /4

Example XII. - A cream of the oil-in-water type is likewise obtained by preparing an oily phase with the following components:

Cetyl alcohol	3
Product resulting from the action of glycerol myristate upon citric acid	25
Mixture of glycerol mono- and dioleates	2
Vegetable oil	10
Condensate of ethylene oxide and lauric alcohol	4
Silicone derivative known under the name "Rhodorsil 410"	0.1
Tioxan	0.1

The aqueous phase is constituted by:

Methyl paraoxybenzoate	0.2
Distilled water	quantity sufficient for 100

The preparation of this cream is carried out in the conventional manner.

Example XIII. - An emulsion of the oil-in-water type is also obtained by preparing a fatty phase constituted by:

Product of the action of glycerol stearate upon ascorbic acid	20
Glycerol mono- or dioleate	3
Cetyl alcohol	2
Vegetable oil	7
Isopropyl myristate	3
Tioxan	0.1
Methyl paraoxybenzoate	0.2

The aqueous phase is constituted by:

Sodium bicarbonate	0.5
Potassium bicarbonate	0.25
Distilled water	quantity sufficient for 100

Example XIV. - An acid cold cream of the water-in-oil type is obtained by formulating the fatty phase as follows:

Reaction product of ethyl lactate upon ethyl stearate	10
Cetyl alcohol	5
Vaseline	25
Fluid lanolin	10
Stabilizing product sold under the name "Arlacel 80"	5
Tioxan	0.1
Propyl paraoxybenzoate	0.2

The aqueous phase is constituted by:

Finely powdered, precipitated calcium carbonate	0.7
Distilled water	quantity sufficient for 100

Homogenization is carried out at ambient temperature, this cold cream being otherwise prepared in the conventional manner.

Example XV. - Thick milk:

The fatty phase of the milk is constituted by:

Reaction product of tartaric acid with glycerol laurate . .	7
Cetyl alcohol	0.5
Glycerol mono- and dioleate	2
Vegetable oil	8
Tioxan	0.1

and the aqueous phase comprises:

Triethanolamine	0.6
Methyl paraoxybenzoate	0.2
Distilled water	quantity sufficient for 100

These two phases are emulsified in the manner known for cosmetics.

Example XVI. - A fluid and unctuous milk is obtained by means of the following fatty phase:

Product of the action of ascorbic acid upon glycerol palmitate	7
Cetyl alcohol	0.5
Glycerol mono- or dioleate	1
Vegetable oil	8
Condensate of ethylene oxide on lauric alcohol	0.1
Tioxan	0.1

The aqueous phase is constituted by:

Sodium bicarbonate	0.4
Methyl paraoxybenzoate	0.2
Distilled water	quantity sufficient for 100

Example XVII. - "Soapless" soap:

This soap can have the following composition:

Soap base for soapless soap	60
Lanolin	1
Product of the action of citric acid upon glycerol palmitate	3
Defatted milk powder	35
Perfume	1

These various products are mixed until a homogeneous mass is obtained, and the obtained composition is molded.

All the cosmetic products just described present a noteworthy action upon the skin, from the point of view of its softness, its suppleness and the disappearance of imperfections such as traces of eczema, scurf, rough skin, etc.

The execution variants of the invention just described are of course only nonlimitative example, and it is possible to make minor modifications in the same without leaving the scope of the invention.

CLAIMS

1. As a new industrial product, a soap, a cosmetic product or a product of the same type, which is characterized principally by the fact that it comprises an addition of the product obtained by the action of an acid and notably of a fatty acid or derivative of a fatty acid upon an alcohol acid or upon an ester obtained by the action of an alcohol acid upon an alcohol.

2. As a new industrial product, an adjuvant for soap, which is constituted primarily by the product of the reaction of an acid and notably of a fatty acid or derivative of a fatty acid upon an alcohol acid or an ester obtained by the action of an alcohol acid upon an alcohol.

/5

3. Product according to 1 or 2, in which the fatty acid derivative is constituted by an ester, an anhydride or a halide.

4. Product according to 1 or 2, in which lauric, palmitic and stearic acid and their close homologues are chosen in particular, but not exclusively as acids having from ten to twenty carbon atoms.

5. The esters of fatty acids employed according to 1 or 2 are those yielding the fatty acids according to 4 with alcohols and notably alcohols having from two to twelve carbon atoms, in which case these alcohols can be monoalcohols, diols or triols.

6. The alcohol acids utilized according to 1 or 2 are chosen from the group constituted by glycolic acid, lactic acid and mono- or polyalcohol polyacids such as malic acid, tartaric acid, citric acid and analogues and ascorbic acid.

7. Process for the production of an adjuvant according to 2, which consists, in its principle, of reacting a fatty acid or derivative of a fatty acid with an alcohol acid or an alcohol acid ester as defined above, the quantity of alcohol acid being in excess relative to that needed to esterify the quantity of fatty acid introduced into the reaction medium, either directly in the form of fatty acid or indirectly in the form of a derivative.

8. Process according to 7, which is implemented with vigorous agitation and at a temperature that is, in a general manner, comprised between approximately 90 and approximately 120 °C, although it is possible in certain cases to work at a temperature that can drop down as far as 70 °C, as well as at temperatures that

may possibly reach 160 °C, or even 190 °C. The components of the reaction are maintained at this temperature for a period of time of from thirty to forty five minutes, always with vigorous agitation.

BREVET D'INVENTION

P.V. n° 927.506

N° 1.437.366

Classification internationale :

C 11 d

Savon, produit cosmétique et produits analogues.

M. PIERRE, ANDRÉ POTTIER résidant en France (Seine).

Demandé le 11 mars 1963, à 15^h 6^m, à Paris.

Délivré par arrêté du 28 mars 1966.

(Bulletin officiel de la Propriété Industrielle, n° 19 de 1966.)

(Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'article 11, § 7, de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.)

La présente invention a pour objet, à titre de produit industriel nouveau, un savon, un produit cosmétique ou un produit du même genre qui sera dénommé ci-après « savon » et qui se caractérise principalement par le fait qu'il comporte une addition du produit obtenu par l'action d'un acide organique et notamment d'un acide gras ou d'un dérivé d'acide gras sur un acide-alcool ou sur un ester obtenu par action d'un acide-alcool sur un alcool, de préférence un alcool de faible poids moléculaire.

L'invention a donc également pour objet, à titre de produit industriel nouveau, un adjuvant pour savon, adjuvant qui est constitué par le produit de la réaction d'un acide organique et plus spécialement d'un acide gras ou d'un dérivé d'acide gras sur un acide-alcool ou un ester obtenu par action d'un acide-alcool sur un alcool, de préférence un alcool de faible poids moléculaire.

Par l'expression « dérivé d'acide gras » on entend, dans le présent mémoire, les dérivés qui sont aptes à réagir avec un alcool pour donner des esters. Ces dérivés comprennent donc en particulier les esters, les anhydrides et les halogénures d'acides gras.

On peut penser que lorsque l'on fait agir, conformément à l'invention, un acide gras sur un acide-alcool, ou sur un ester d'un acide-alcool et d'un alcool, on obtient, au moins en quantité prédominante, une estérification par l'acide gras, de la ou des fonctions alcools de l'acide-alcool. Si, pour la préparation du produit selon l'invention, on fait agir un ester d'acide gras, on obtient le même produit, au moins en quantité prédominante, la fonction alcool de l'acide-alcool venant déplacer le radical alcoolique de l'ester d'acide gras; ce phénomène est bien connu, dans sa forme générale, sous le nom d'alcoololyse.

Bien entendu, les considérations qui précèdent ne constituent qu'une hypothèse et ne sont donc

nées que pour faciliter la compréhension de l'invention, sans prétendre en élucider le mécanisme et sans la limiter en quelque manière que ce soit.

On sait que le savon présente toujours une légère alcalinité, quels que soient les soins apportés à sa fabrication et au choix des matières premières utilisées pour l'obtenir. Il est donc fréquent que l'usage prolongé du savon pour les soins de la toilette ou du ménage provoque ou entretienne des défauts de la peau aux endroits les plus sensibles, par exemple une sécheresse épidermique, une sensation de « rêche », des dartres, des craquelures ou crevasse, etc.

Le demandeur a constaté que le savon selon l'invention agit comme s'il supprimait l'influence nuisible du savon proprement dit sur les défauts en question ce qui permettrait à ceux-ci de disparaître spontanément. Utilisé sur une peau saine, ce savon la rend parfaitement lisse et souple et fort agréable au toucher.

Ce savon s'est également montré avantageux pour les usages ménagers, en particulier pour le lavage de tissus délicats, notamment des tissus de laine tels que des tricotés légers, par son action à la fois sur le tissu proprement dit et sur les mains de l'usager qui le lave.

Comme acides pouvant être utilisés dans la mise en œuvre de la présente invention, et sans que cette énumération constitue une limitation, on envisage en principe, des acides et plus spécialement, mais non exclusivement des acides aliphatiques ayant de dix à vingt-cinq atomes de carbone et en particulier, mais non exclusivement, les acides laurique, palmitique, stéarique et leurs homologues proches.

Les esters d'acides gras que l'on emploie selon la présente demande sont avantageusement les esters que donnent les acides mentionnés ci-dessus avec des alcools de faible poids moléculaire, plus spécialement mais non exclu-

66 2191 0 73 315 3

Prix du fascicule : 2 francs

PTO 2002-1377

S.T.I.C. Translations Branch

sivement avec des alcools gras ayant de deux à douze atomes de carbone tels que, plus spécialement, l'alcool éthylique, l'alcool butylique ou l'alcool propylique. Il entre également dans le cadre de la présente invention d'utiliser les esters que donnent les acides précités avec des diols tels que l'éthane - diol - 1 - 2; le propane - diol - 1 - 2; les butanes - diols - 1 - 3 et 1 - 4; ou les triols tels que le glycérol ou propane - triol - 1 - 2 - 3.

Les acides-alcools utilisables conformément à la présente invention sont plus spécialement les acides mono-acides mono-alcools tels que l'acide glycolique, l'acide lactique et des acides poly-acides mono ou poly-alcools tels que l'acide malique, l'acide tartrique, l'acide citrique et analogues et l'acide ascorbique.

On peut également utiliser, comme il a été indiqué ci-dessus, les esters que donnent ces acides-alcools avec un alcool à bas poids moléculaire, et en particulier avec un des alcools définis ci-dessus.

Enfin, l'adjuvant selon l'invention peut être constitué par le produit qui est obtenu lorsque l'on utilise deux ou plus de deux acides-alcools ou esters d'acides alcools que l'on fait agir simultanément sur deux ou plus de deux esters d'acides et notamment d'acides gras différents.

Le procédé permettant d'obtenir un adjuvant conforme à la présente invention consiste, dans son principe, à faire réagir un acide, notamment un acide gras ou un dérivé d'acide gras sur un acide-alcool ou un ester d'acide-alcool tel que défini ci-dessus, la quantité d'acide-alcool étant en excès par rapport à celle qui serait nécessaire pour estérifier la quantité d'acide gras introduite dans le milieu réactionnel, soit directement sous forme d'acide, soit indirectement sous la forme de dérivé.

La mise en œuvre de ce procédé se fait sous agitation vive et à une température qui est, d'une manière générale, comprise entre environ 90 et environ 120 °C, bien que l'on puisse opérer, dans certains cas, à des températures pouvant descendre jusqu'à 70 °C, comme à des températures pouvant éventuellement atteindre 160 °C, voir 190 °C. Les composants de la réaction sont maintenus à cette température pendant environ trente à quatre-vingts minutes, toujours sous agitation vive.

La fin de la réaction se constate, en général, au fait que le milieu réactionnel devient translucide. Lorsque cet état est atteint, on lave à chaud le mélange réactionnel avec de l'eau, après avoir éventuellement décanté un faible résidu qui se forme dans certains cas, et qui se présente sous la forme d'une masse visqueuse.

La dose d'adjuvant généralement utilisée dans le savon est avantageusement comprise entre environ 0,5 et environ 4 % du poids du savon.

Ces proportions ne sont, bien entendu données, qu'à titre d'indication puisqu'elles peuvent varier, d'une part, avec la composition exacte de

l'adjuvant utilisé et, d'autre part, avec l'utilisation et (ou) la composition que l'on veut donner au savon. On pourra par exemple, et afin de fixer les idées, utiliser une proportion plus forte d'adjuvant s'agissant d'un savon de toilette ou d'un produit cosmétique et utiliser une proportion inférieure s'agissant d'un savon de ménage ou d'un savon destiné à la lessive.

Pour un adjuvant de composition déterminée, quelques essais préliminaires permettront de déterminer la proportion avantageuse dans laquelle il doit figurer dans le savon en fonction de l'usage que celui-ci doit recevoir et de sa composition.

L'on peut envisager différents modes d'incorporation de cet adjuvant au savon; en particulier, on peut introduire cet adjuvant dans la pâte de savon lorsque celle-ci a subi tous les traitements de cuisson et autres bien connus en savonnerie et qu'elle se trouve encore à l'état légèrement humide, prête à être boudinée ou moulée. Le mélange homogène du savon et de l'adjuvant pourra se faire à l'aide d'un mélangeur-doseur ou d'un mélangeur-broyeur d'un type connu.

Le savon est ensuite boudiné, moulé ou transformé en flocons ou paillettes, de la manière habituelle connue.

On peut également partir d'un savon ayant déjà été amené à la forme de poudre ou de paillettes, lui incorporer la quantité voulue d'adjuvant, préalablement pulvérisé, dans un mélangeur-doseur et mouler ensuite le savon à la presse.

Les exemples suivants non limitatifs feront bien comprendre comment l'invention peut être réalisée, les particularités qui ressortent desdits exemples faisant, bien entendu, partie de celle-ci.

Exemple I. — On porte à environ 90 °C un mol de palmitate d'éthyle, puis sous agitation vive, on incorpore une quantité d'acide citrique correspondant à un mol plus un excès d'environ 15 à 25 %. Le mélange est maintenu à une température comprise entre 90 °C et 120 °C pendant quarante-cinq minutes environ, en maintenant l'agitation.

On obtient à ce moment un liquide translucide. Si ce n'était pas exactement le cas, le chauffage sous agitation pourrait être poursuivi pendant quelques minutes encore.

Le produit réactionnel est lavé à chaud avec de l'eau pour éliminer des impuretés, dont certaines du reste décantent, ainsi que l'excès d'acide citrique. Le produit final obtenu a un indice d'acidité d'environ 90. Il est solide mais légèrement pâteux à la température ambiante.

A un kilo de pâte de savon prête à être moulée ou boudinée, on ajoute trente-cinq à quarante grammes du produit ainsi obtenu, de préférence dans un malaxeur et par des procédés bien connus permettant d'obtenir un mélange par-

faitement homogène. La pâte résultant de ce mélange est ensuite boudinée et moulée de la manière habituelle.

Exemple II. — On opère de la même manière que dans l'exemple I, en utilisant comme matière première un mol de palmitate d'éthyle avec une quantité d'acide tartrique correspondant à un mol plus un excès d'environ 20 à 25 %. On obtient ainsi un produit qui fond à environ 18 °C et qui présente un indice d'acidité voisin de celui obtenu selon l'exemple I.

On peut introduire ce produit dans le savon à raison d'environ vingt à vingt-cinq grammes pour un kilo de savon.

Exemple III. — On estérifie tout d'abord un mol d'acide citrique par trois mols d'alcool éthylique en suivant la technique habituelle de préparation des esters. On utilise ce citrate d'éthyle à la place de l'acide citrique prévu dans l'exemple I, le mode opératoire décrit dans cet exemple I étant par ailleurs suivi dans le présent exemple.

Le mélange obtenu après réaction est également lavé à chaud avec de l'eau, et l'on obtient un produit qui présente un indice d'acidité voisin de 0 et un point de fusion voisin de 15 °C.

A un kilo d'une pâte de savon de Marseille, on ajoute trente-cinq à quarante grammes du produit ainsi obtenu. La pâte résultant de ce mélange est moulée à la manière habituelle.

Exemple IV. — On mélange un mol de laurate d'éthyle avec une quantité d'acide citrique égale à un mol plus un excès d'environ 25 %. Ce mélange est ensuite porté sous vive agitation à une température comprise entre 90 et 120 °C environ. On poursuit le chauffage et l'agitation pendant environ cinquante à cinquante-cinq minutes. Après lavage à l'eau, puis refroidissement, on obtient un produit fluide qui cristallise en dessous de 15 °C. Une fois solidifié, ce produit fond à 20 °C environ.

Ce produit peut être introduit dans du savon dans la proportion de 3 à 5 %.

Exemple V. — On obtient un adjuvant pour savon en faisant réagir directement un mol de chlorure de stéaroyl avec une quantité d'acide tartrique correspondant à un mol plus un excès de 15 à 28 % environ. Ce mélange chauffé entre 110 et 130 °C sous vive agitation, la réaction est poursuivie pendant environ vingt minutes. Il se forme un précipité visqueux qu'on sépare par décantation, avant refroidissement, et qu'on élimine. Le produit obtenu par cette réaction a un point de fusion de 28 à 30 °C.

On peut utiliser ce produit dans le savon dans une proportion de 0,5 à 2 % par rapport au poids du savon.

Exemple VI. — On fait réagir un mol de lactate d'éthyle sur un mol de stéarate d'éthyle. Ce mélange est porté à une température comprise entre 90 et 120 °C sous vive agitation. On poursuit cette agitation à la température en ques-

tion pendant environ quinze minutes. Il se sépare un précipité visqueux que l'on élimine par décantation avant refroidissement. Le produit est ensuite lavé à chaud avec de l'eau. Il fond à environ 28 à 30 °C. Ce produit peut être utilisé dans des proportions analogues à celles qui ont été indiquées ci-dessus.

Exemple VII. — On fait fondre quatre-vingt parties de palmitate de glycérol avec vingt parties d'acide citrique et l'on soumet à vive agitation. Ce mélange est maintenu à 105 °C environ pendant approximativement une heure. On décante le liquide obtenu pour séparer l'excès d'acide et la glycérine libérée qui tombent au fond du vase. Le produit surnageant est soutiré et lavé à l'eau chaude. Ce produit fond à 45-47 °C et possède un indice d'acidité de 90 environ.

On peut, dans cet exemple, remplacer les vingt parties d'acide citrique par seize à dix-huit parties d'acide tartrique. On opère alors à 100 °C environ. Le reste du traitement est équivalent.

De même on obtient un adjuvant excellent en faisant fondre quatre-vingt-cinq à quatre-vingt-dix parties de palmitate de glycérol avec dix à quinze parties d'acide lactique.

Exemple VIII. — On opère de la manière décrite dans l'exemple V en remplaçant le chlorure de stéaroyl par l'anhydride de l'acide stéarique. On obtient un produit semblable utilisable dans le savon, dans les mêmes proportions.

Exemple IX. — On obtient un adjuvant selon l'invention en remplaçant dans l'exemple I, l'acide citrique par l'acide ascorbique et en suivant le même processus; le produit obtenu est utilisable de la même manière.

Exemple X. — De la même manière que dans l'exemple VII, on fait fondre quatre-vingts parties de stéarate de glycérol avec vingt parties d'acide citrique, et on traite ce mélange de la manière décrite dans cet exemple VII. On obtient ainsi un adjuvant excellent que l'on peut utiliser dans du savon, dans une proportion allant de environ 1 à environ 4,5 %.

Les adjuvants conformes à l'invention peuvent être utilisés avec avantage dans des produits cosmétiques.

Exemple XI. — Préparation d'une crème : On prépare une crème du type huile dans eau, dans laquelle la phase huileuse est constituée de la manière suivante :

Produit de l'action du stéarate de glycérol sur l'acide citrique	13
Emulsif non ionique connu sous la dénomination commerciale de « Par-nabase »	6
Huile végétale	8
Alcool cétylique	3
Antioxygène connu sous le nom de « Tioxan »	0,1
La phase aqueuse est constituée par : Eau distillée	70

Paraoxybenzoate de soude 0,2
De manière connue, on réalise avec ces composants une émulsion du type huile dans eau.
Exemple XII. — On obtient également une crème du type huile dans eau si l'on prépare une phase grasse à l'aide des composés ci-après :

Alcool cétylique	3
Produit résultant de l'action du myristate de glycérol sur l'acide citrique	25
Mélange de mono et de di - oléate de glycérol	2
Huile végétale	10
Condensat d'oxyde d'éthylène et d'alcool laurique	4
Dérivé de silicone connu sous le nom de « Rhodorsil 410 »	0,1
Tioxan	0,1
La phase aqueuse est constituée par :	
Paraoxybenzoate de méthyle	0,2
Eau distillée	q.s.p. 100

La préparation de cette crème s'effectue de la manière habituelle.

Exemple XIII. — On obtient également une émulsion du type huile dans eau en préparant une phase grasse constituée par :

Produit de l'action du stéarate de glycérol sur l'acide ascorbique	20
Mono et di - stéarate de glycéril ..	3
Alcool cétylique	2
Huile végétale	7
Myristate d'isopropyle	3
Tioxan	0,1
Paraoxybenzoate de méthyle	0,2
La phase aqueuse est constituée par :	
Bicarbonate de sodium	0,5
Bicarbonate de potassium	0,25
Eau distillée	q.s.p. 100

Exemple XIV. — On obtient un cold cream acide du type eau dans huile en constituant la phase grasse par :

Produit de la réaction de lactate d'éthyle sur du stéarate d'éthyle ..	10
Alcool cétylique	5
Vaseline	25
Lanoline fluide	10
Produit stabilisant vendu sous le nom de « Arlacel 80 »	5
Tioxan	0,1
Paraoxybenzoate de propyle	0,2
La phase aqueuse est constituée par :	
Carbonate de calcium précipité finement pulvérisé	0,7
Eau distillée	q.s.p. 100

On homogénéise à la température ambiante, ce cold cream étant par ailleurs préparé de la manière habituelle.

Exemple XV. — Lait épais :

La phase grasse de ce lait est constituée par :	
Produit de la réaction de l'acide tartrique sur le laurate de glycérol ..	7
Alcool cétylique	0,5

Mono et di - oléate de glycérol	2
Huile végétale	8
Tioxan	0,1

et la phase aqueuse comporte :

Triéthanolamine	0,6
Paraoxybenzoate de méthyle	0,2
Eau distillée	q.s.p. 100

Ces deux phases sont émulsionnées de la manière connue en cosmétique.

Exemple XVI. — On obtient un lait fluide et onctueux au moyen de la phase grasse suivante :

Produit de l'action de l'acide ascorbique sur le palmitate de glycérol ..	7
Alcool cétylique	0,5
Mono et di - oléate de glycérol	1
Huile végétale	8
Condensat d'oxyde d'éthylène sur l'alcool laurique	0,1
Tioxan	0,1

La phase aqueuse est constituée par :

Bicarbonate de sodium	0,4
Paraoxybenzoate de méthyle	0,2
Eau distillée	q.s.p. 100

Exemple XVII. — Savon « Soap-less » :

On peut donner à ce savon la composition ci-après :

Masse pour Soap-less	60
Lanoline	1
Produit de l'action de l'acide citrique sur le palmitate de glycérol	3
Lait dégraissé en poudre	35
Parfum	1

Ces divers produits sont mélangés jusqu'à obtention d'une masse homogène et la composition obtenue est moulée.

Tous les produits cosmétiques qui viennent d'être décrits présentent une action remarquable sur la peau, tant au point de vue de son adoucissement, de sa souplesse, que de la disparition des imperfections telles que traces d'eczéma, traces de dartres, peau sèche, etc.

Les modes d'exécution de l'invention qui viennent d'être décrits ne sont, bien entendu, que des exemples non limitatifs, et l'on peut leur apporter toutes modifications de détail sans franchir pour cela le cadre de l'invention.

RÉSUMÉ

1° A titre de produit industriel nouveau, un savon, un produit cosmétique ou un produit du même genre, qui se caractérise principalement par le fait qu'il comporte une addition du produit obtenu par l'action d'un acide et notamment d'un acide gras ou d'un dérivé d'acide gras sur un acide-alcool ou sur un ester obtenu par action d'un acide-alcool sur un alcool.

2° A titre de produit industriel nouveau, un adjuvant pour savon, adjuvant qui est principalement constitué par le produit de la réaction d'un acide et notamment d'un acide gras ou d'un dérivé d'acide gras sur un acide-alcool ou un

ester obtenu par action d'un acide-alcool sur un alcool.

3° Produit selon 1° ou 2° dans lequel le dérivé d'acide gras est constitué par un ester, un anhydride ou un halogénure.

4° Produit selon 1° ou 2° dans lequel on choisit comme acides gras ceux ayant de dix à vingt-cinq atomes de carbone et en particulier, mais non exclusivement, les acides laurique, palmitique, stéarique et leurs homologues proches.

5° Les esters d'acides gras employés selon 1° ou 2° sont ceux que donnent les acides gras selon 4° avec des alcools et notamment des alcools gras ayant de deux à douze atomes de carbone, ces alcools pouvant être des mono-alcools, des diols ou des triols.

6° Les acides-alcools utilisés selon 1° ou 2° sont choisis dans le groupe constitué par l'acide glycolique, l'acide lactique et des acides poly-acides mono ou poly-alcools tels que l'acide malique, l'acide tartrique, l'acide citrique et analogues et l'acide ascorbique.

7° Procédé de fabrication d'un adjuvant selon 2° qui consiste, dans son principe, à faire

réagir un acide gras ou un dérivé d'acide gras sur un acide-alcool ou un ester d'acide-alcool tel que défini ci-dessus, la quantité d'acide-alcool étant en excès par rapport à celle qui serait nécessaire pour estérifier la quantité d'acide gras introduite dans le milieu réactionnel, soit directement sous forme d'acide gras, soit indirectement sous la forme de dérivé.

8° Procédé selon 7° dont la mise en œuvre se fait sous agitation vive et à une température qui est, d'une manière générale, comprise entre environ 90 et environ 120 °C, bien que l'on puisse opérer, dans certains cas, à des températures pouvant descendre jusqu'à 70 °C, comme à des températures pouvant éventuellement atteindre 160 °C, voire 190 °C. Les composants de la réaction sont maintenus à cette température pendant environ trente à quatre-vingts minutes, toujours sous agitation vive.

PIERRE, ANDRÉ POTTIER

Par procuration :

Cabinet

D. MALÉMONT, J. COUV RAT-DESVERGNES & R. CHAUCHARD

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.